

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 10-324594

(43)Date of publication of application : 08.12.1998

(51)Int.Cl.

C30B 15/36  
C30B 29/06  
H01L 21/208

(21)Application number : 09-147320

(71)Applicant : SHIN ETSU HANDOTAI CO LTD

(22)Date of filing : 21.05.1997

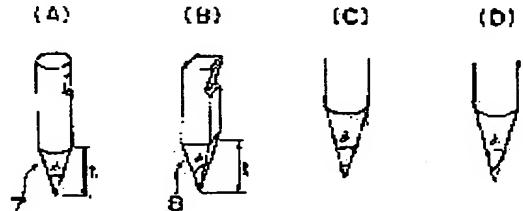
(72)Inventor : IINO EIICHI

## (54) SILICON SEED CRYSTALS, THEIR PRODUCTION AND PROCESS FOR PRODUCING SILICON SINGLE CRYSTAL BY USING THESE SEED CRYSTALS

### (57)Abstract:

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To provide silicon seed crystals and process for producing the same capable of improving the success rate of single crystallization in a process for producing the silicon single crystal without executing so-called necking in the process for producing the silicon single crystal by a Czochralski method.

**SOLUTION:** The shape at the front end of the silicon seed crystal to be brought into contact with a silicon melt in the process for producing the silicon single crystal by the Czochralski method is formed to a pointed shape or a shape formed by cutting off its pointed front end. The max. vertex  $\alpha$  thereof is  $\geq 3$  to  $\leq 28^\circ$ . In such a case, the front end may be etched or may be formed by using the round part formed by the Czochralski method. A silicon single crystal rod of a desired diameter is grown by using such silicon seed crystal without executing the necking.



### LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 14.01.2000

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number] 3387364

[Date of registration] 10.01.2003

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平10-324594

(43)公開日 平成10年(1998)12月8日

(51)Int.Cl.  
C 30 B 15/36  
29/06  
H 01 L 21/208

識別記号

502

F I  
C 30 B 15/36  
29/06  
H 01 L 21/208

502 F  
P

審査請求 未請求 請求項の数9 FD (全8頁)

(21)出願番号 特願平9-147320

(22)出願日 平成9年(1997)5月21日

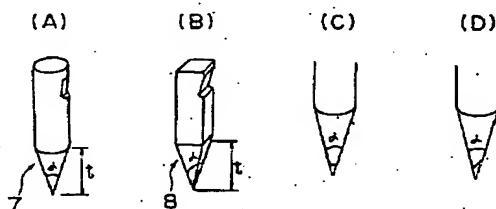
(71)出願人 000190149  
信越半導体株式会社  
東京都千代田区丸の内1丁目4番2号  
(72)発明者 飯野 栄一  
群馬県安中市穂部2丁目13番1号 信越半  
導体株式会社半導体穂部研究所内  
(74)代理人 弁理士 好宮 幹夫

(54)【発明の名称】シリコン種結晶およびその製造方法、並びにこれらの種結晶を用いてシリコン単結晶を製造する方法

(57)【要約】 (修正有)

【課題】 チョクラルスキー法によるシリコン単結晶の製造方法であって、いわゆる種絞り(ネッキング)を行うことなく、シリコン単結晶を製造する方法において、その単結晶化の成功率を向上させることができる、シリコン種結晶およびその製造方法を提供する。

【解決手段】 チョクラルスキー法でシリコン単結晶棒を製造する際に用いるシリコン種結晶において、シリコン融液に接触させる先端部の形状が、尖った形状または尖った先端を切り取った形状であり、その最大頂角が3度以上28度以下であるシリコン種結晶。この場合、先端部をエッチングしたものとするか、チョクラルスキー法によって形成した丸め部を利用しても良い。そしてこのような種結晶を用いて、ネッキングを行うことなく、所望径のシリコン単結晶棒を育成させる。



Best Available Copy

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 チョクラルスキ法でシリコン単結晶棒を製造する際に用いるシリコン種結晶において、シリコン融液に接触させる先端部の形状が、尖った形状または尖った先端を切り取った形状であり、その最大頂角が28度以下であることを特徴とするシリコン種結晶。

【請求項2】 前記最大頂角が3度以上28度以下であることを特徴とする請求項1に記載のシリコン種結晶。

【請求項3】 少なくとも前記シリコン融液に接触させる先端部をエッティングしたものであることを特徴とする請求項1または請求項2に記載のシリコン種結晶。

【請求項4】 エッティング除去量を300ミクロン以上とすることを特徴とする請求項3に記載のシリコン種結晶。

【請求項5】 チョクラルスキ法によって形成した丸め部を種結晶の尖った先端部として用いたものであることを特徴とする請求項1または請求項2に記載のシリコン種結晶。

【請求項6】 シリコン融液に接触させる先端部の形状が、尖った形状または尖った先端を切り取った形状である、チョクラルスキ法でシリコン単結晶棒を製造する際に用いるシリコン種結晶の製造方法において、種結晶の素材となるシリコン単結晶インゴットを前記所望種結晶形状に機械的に加工した後、少なくともシリコン融液に接触させる先端部をエッティングすることを特徴とするシリコン種結晶の製造方法。

【請求項7】 シリコン融液に接触させる先端部の形状が、尖った形状または尖った先端を切り取った形状である、チョクラルスキ法でシリコン単結晶棒を製造する際に用いるシリコン種結晶の製造方法において、種結晶の素材となるシリコン単結晶インゴットをチョクラルスキ法によって形成した丸め部を有するものを選択し、該丸め部を種結晶の尖った先端部として用いることを特徴とするシリコン種結晶の製造方法。

【請求項8】 種結晶をシリコン融液に接触させた後、これを回転させながらゆっくりと引き上げることによって、シリコン単結晶棒を成長させるチョクラルスキ法によるシリコン単結晶の製造方法において、該種結晶として請求項1ないし請求項5のいずれか1項に記載の種結晶を使用し、まず該種結晶の先端をシリコン融液にしづかに接触させた後、該種結晶を低速度で下降させることによって種結晶の先端部が所望の太さとなるまで溶融し、

その後、該種結晶をゆっくりと上昇させ、ネッキングを行うことなく、所望径のシリコン単結晶棒を育成せらる、ことを特徴とするシリコン単結晶の製造方法。

【請求項9】 種結晶をシリコン融液に接触させた後、これを回転させながらゆっくりと引き上げることによって、シリコン単結晶棒を成長させるチョクラルスキ法によるシリコン単結晶の製造方法において、

該種結晶として請求項6または請求項7に記載の方法で製造した種結晶を使用し、まず該種結晶の先端をシリコン融液にしづかに接触させた後、該種結晶を低速度で下降させることによって種結晶の先端部が所望の太さとなるまで溶融し、その後、該種結晶をゆっくりと上昇させ、ネッキングを行うことなく、所望径のシリコン単結晶棒を育成せらる、ことを特徴とするシリコン単結晶の製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、チョクラルスキ法 (Czochralski Method=CZ法) によるシリコン単結晶の製造方法であって、いわゆる種絞り(ネッキング)を行うことなく、シリコン単結晶を製造する方法において、この方法で使用されるシリコン種結晶およびその製造方法に関する。

## 【0002】

【従来の技術】従来、チョクラルスキ法によるシリコン単結晶の製造においては、単結晶シリコンを種結晶として用い、これをシリコン融液に接触させた後、回転させながらゆっくりと引き上げることで単結晶棒を成長させる。この際、種結晶をシリコン融液に接触させる時に、熱衝撃により種結晶に高密度で発生する転位を消滅させるために種絞り(ネッキング)を行い、次いで、所望の口径になるまで結晶を太らせて、シリコン単結晶を引き上げている。このような、種絞りは Dash Necking 法として広く知られており、チョクラルスキ法でシリコン単結晶棒を引き上げる場合の常識とされている。

【0003】 すなわち、従来用いられてきた種結晶の形状は、例えば図4(A)、(B)に示すように、直径あるいは一辺約8~20mmの円柱状や角柱状のものに種ホールダーにセットするための切り欠き部を入れたものとされ、最初にシリコン融液に接触することになる下方の先端形状は、平坦面となっている。そして、高重量の単結晶棒の重量に耐え安全に引き上げるためには、種結晶の太さは上記以下に細くすることは難しい。

【0004】 このような形状の種結晶では、融液と接触する先端の熱容量が大きいために、種結晶が融液に接触した瞬間に結晶内に急激な温度差を生じ、スリップ転位を高密度に発生させる。したがって、この転位を消去して単結晶を育成するために、前記ネッキングが必要になるのである。

【0005】 この Dash Necking 法は、種結晶をシリコン融液に接触させた後に、直径を3mm程度に一旦細くし絞り部を形成し、種結晶に導入されたスリップ転位から伝播する転位を消滅させ、無転位の単結晶を得るものである。

【0006】 しかし、このような方法では、ネッキング条件を種々選択しても、無転位化するためには最低直径

50

5～6皿皿までは絞り込む必要があり、近年のシリコン単結晶径の増大にともない高重量化した単結晶棒を吊り下げ支持するには強度が充分でなく、結晶棒引き上げ中に、この細い絞り部が破断して単結晶棒が落下する等の重大な事故を生じる恐れがあった。

【0007】そこで、近年の大直径、高重量単結晶棒の引き上げにおいては、結晶保持機構を用いる方法の開発が進められている（例えば、特公平5-65477号参照）。この方法は、前述のように無転位化のためにネッキングは必要不可欠であることから、種絞り部の強度を強化することができないので、かわりに成長結晶棒を直接機械的に保持するものである。

【0008】しかし、このような方法は、高温で回転しながらゆっくりと成長する単結晶棒を直接保持するものであるために、装置が複雑かつ高価なものとなるし、耐熱性の問題も生じる。その上、実際に成長結晶に振動等を与えるにつかむのが非常に難しく、成長結晶を多結晶化させてしまったり、さらには高温のシリコン融液直上に複雑で回転、摺動等の機構を有する装置を配置することになるので、結晶を重金属不純物で汚染するといった種々の問題がある。

【0009】このような問題を解決するために、本出願人は先に特開平5-139880号、特願平8-87187号のような発明を提案した。この発明は、種結晶の先端部の形状を楔状あるいは中空部を有する形状とし、種結晶がシリコン融液に接触する時に入るスリップ転位をできるだけ低減することによって、絞り部の直径を比較的太くしても無転位化を可能とし、もって絞り部の強度を向上させるものである。

【0010】この方法では絞り部の太さを太くすることができる、ある程度絞り部の強度の向上ができるけれども、ネッキングを行い、スリップ転位のある絞り部を形成することに変わりがなく、近年ますます大直径、長尺化し、例えば150Kg以上にもおよぶ単結晶棒の引き上げには、強度が不十分となる場合があり、根本的な解決にまでは至っていない。

【0011】そこで、このような問題を解決するものとして、本出願人は強度上一番の問題となるネッキングによる絞り部を形成することなく、結晶を単結晶化させることができ、大直径かつ長尺な高重量のシリコン単結晶を、結晶保持機構のような複雑な装置を使用することなく、極めて簡単に引上げができる、シリコン単結晶の製造方法およびこれに用いられるシリコン種結晶を開発することに成功し、先に提案した（特願平9-17687号）。

【0012】この方法は、種結晶としてシリコン融液に接触させる先端部の形状が、尖った形状または尖った先端を切り取った形状であるものとし、まず該種結晶の先端をシリコン融液にしづかに接触させた後、種結晶を低速度で下降させることによって種結晶の先端部が所望の

太さとなるまで溶融し、その後、種結晶をゆっくりと上昇させ、ネッキングを行うことなく、所望径のシリコン単結晶棒を育成させる、というようなシリコン単結晶の製造方法である。

## 【0013】

【発明が解決しようとする課題】上記方法では、ネッキングを行わないでの、絞り部を形成することに伴う上記種々の問題を根本的に解決することができ、きわめて優れたものであるが、その後のランニングテストの結果、種結晶の形状、製造方法によっては、種結晶の先端部の接触、溶融時に種結晶に転位が導入され易く、その後の単結晶の育成が困難となり、その成功率が低くなることがあることがわかった。

【0014】そこで、本発明はこのような問題点に鑑みてなされたもので、本発明は、チョクラルスキー法によるシリコン単結晶の製造方法であって、いわゆる種絞り（ネッキング）を行うことなく、シリコン単結晶を製造する方法において、その単結晶化の成功率を向上させることができる、シリコン種結晶およびその製造方法を提供することを主目的とする。

## 【0015】

【課題を解決するための手段】上記課題を解決するために、本発明の請求項1に記載した発明は、チョクラルスキー法でシリコン単結晶棒を製造する際に用いるシリコン種結晶において、シリコン融液に接触させる先端部の形状が、尖った形状または尖った先端を切り取った形状であり、その最大頂角が28度以下であることを特徴とするシリコン種結晶である。

【0016】このように、種結晶の先端部の形状を、尖った形状または尖った先端を切り取った形状とするとともに、その最大頂角を28度以下とすることによって、種結晶の先端を最初にシリコン融液に接触させた時、融液への接触面積が十分に小さく、先端部の熱容量も十分に小さいために、種結晶に熱衝撃あるいは急激な温度勾配が形成されないので、スリップ転位が導入されない。また、その後種結晶を低速度で下降させて種結晶の先端部が所望の太さとなるまで溶融する時においても、融液中種結晶と融液の接触面積は徐々に増加していくため、種結晶内に急激な温度勾配を形成することなく所望太さまで種結晶を溶融することができるので、溶融時にもスリップ転位が種結晶内に導入されない。したがって、スリップ転位を発生させることなく、確実に種結晶の融液への接触、溶融が可能となり、その後ネッキングを行うことなく、単結晶棒を育成することができる。

【0017】そしてこの場合、請求項2に記載したように、種結晶の最大頂角を3度以上28度以下とするのが好ましい。

【0018】このように、種結晶の最大頂角は、3度以上とすれば、スリップ転位導入防止効果は充分であるし、溶融時間の短縮、種結晶製造の容易性、先端部の強

度等の点から、上記最大頂角の角度範囲とするのが望ましい。

【0019】また、本発明の請求項3に記載した発明では、シリコン種結晶の少なくともシリコン融液に接触させる先端部をエッチングしたものとした。

【0020】このように、種結晶のシリコン融液に接触させる先端部をエッチングしたものとすれば、例えば種結晶を機械的に加工して製造する時に導入された表面の歪みを除去することができるので、種結晶先端部を接触あるいは溶融する時に、これが原因でスリップ転位が導入されることがなく、より確実に無転位で種結晶を接触、溶融することができる。

【0021】この場合特に、請求項4に記載したように、エッチング除去量を300ミクロン以上とするのが好ましい。

【0022】300ミクロン以上エッチングすれば、表面歪みを確実に除去することができ、これが原因で種結晶にスリップ転位が導入されることはない。

【0023】また、本発明の請求項5に記載した発明では、チョクラルスキー法によって形成した丸め部を種結晶の尖った先端部として用いたシリコン種結晶とした。

【0024】このように、種結晶の先端部としてチョクラルスキー法によって形成した丸め部を用いれば、機械的な加工等は不要であるし、またそのような加工から生じる表面歪み等が存在することもなく、上記エッチングをする必要もなくなる。

【0025】次に、本発明の請求項6に記載した発明は、シリコン融液に接触させる先端部の形状が、尖った形状または尖った先端を切り取った形状である、チョクラルスキー法でシリコン単結晶棒を製造する際に用いるシリコン種結晶の製造方法において、種結晶の素材となるシリコン単結晶インゴットを前記所望種結晶形状に機械的に加工した後、少なくともシリコン融液に接触させる先端部をエッチングすることを特徴とするシリコン種結晶の製造方法である。

【0026】このように、種結晶の製造をシリコン単結晶インゴットを所望形状に機械的に加工した後、エッチングするようにすれば、確実に所望先端部形状をもった種結晶を得ることができると共に、その表面に歪みのないものを製造することができる。

【0027】また、本発明の請求項7に記載した発明は、シリコン融液に接触させる先端部の形状が、尖った形状または尖った先端を切り取った形状である、チョクラルスキー法でシリコン単結晶棒を製造する際に用いるシリコン種結晶の製造方法において、種結晶の素材となるシリコン単結晶インゴットをチョクラルスキー法によって形成した丸め部を有するものを選択し、該丸め部を種結晶の尖った先端部として用いることを特徴とするシリコン種結晶の製造方法である。

【0028】種結晶の製造を、シリコン単結晶インゴットをチョクラルスキー法によって形成した丸め部を有するものとし、この丸め部を種結晶の尖った先端部として利用するようにすれば、機械加工によって先端部を形成しなくてもよいので、簡単であると共に、素材の節約になるし、出来た物の表面に歪みがあることもない。

【0029】そして、本発明の請求項8に記載した発明は、種結晶をシリコン融液に接触させた後、これを回転させながらゆっくりと引き上げることによって、シリコン単結晶棒を成長させるチョクラルスキー法によるシリコン単結晶の製造方法において、該種結晶として請求項1ないし請求項5のいずれか1項に記載の種結晶を使用し、まず該種結晶の先端をシリコン融液にしづかに接触させた後、該種結晶を低速度で下降させることによって種結晶の先端部が所望の太さとなるまで溶融し、その後、該種結晶をゆっくりと上昇させ、ネッキングを行うことなく、所望径のシリコン単結晶棒を育成させる、ことを特徴とするシリコン単結晶の製造方法である。

【0030】また、本発明の請求項9に記載した発明は、種結晶をシリコン融液に接触させた後、これを回転させながらゆっくりと引き上げることによって、シリコン単結晶棒を成長させるチョクラルスキー法によるシリコン単結晶の製造方法において、該種結晶として請求項6または請求項7に記載の方法で製造した種結晶を使用し、まず該種結晶の先端をシリコン融液にしづかに接触させた後、該種結晶を低速度で下降させることによって種結晶の先端部が所望の太さとなるまで溶融し、その後、該種結晶をゆっくりと上昇させ、ネッキングを行うことなく、所望径のシリコン単結晶棒を育成させる、ことを特徴とするシリコン単結晶の製造方法である。

【0031】このように、本発明の種結晶および種結晶の製造方法によれば、確実に種結晶接触時、溶融時にスリップ転位が導入されない尖った先端部形状の種結晶を得ることが出来るので、これを用いてネッキングを行うことなくシリコン単結晶を育成させれば、その成功率が格段に向上する。

【0032】【発明の実施の形態】以下、本発明の実施の形態を説明するが、本発明はこれらに限定されるものではない。チョクラルスキー法においてネッキングを行うことなく単結晶を育成させるためには、種結晶をシリコン融液に接触させ、その後所望の太さまでゆっくりと溶融する時に、種結晶にスリップ転位が発生しないことが不可欠である。したがって、ネッキングを行うことなく単結晶を育成させる方法の成功率は、種結晶の融液への接触、溶融時に如何にスリップ転位を発生させないかにかかっている。

【0033】そこで、本発明者らは、このようなシリコン融液に接触、溶融するときにはスリップ転位を確実に発生することができない、種結晶の形状および製造方法につ

き、種々実験的研究の結果本発明を見出したものである。

【0034】ネッキングを行うことなく単結晶棒を育成する方法に用いられる種結晶の基本的な形状としては、種結晶の先端部の形状を、尖った形状または尖った先端を切り取った形状とする必要がある。このような形状であれば、最初に種結晶の先端がシリコン融液に接触した時、融液への接触面積が小さく、先端部の熱容量が小さいために、種結晶に熱衝撃あるいは急激な温度勾配が形成されないので、スリップ転位が導入されないからである。

【0035】そして、その後種結晶をゆっくりと下降させて種結晶の先端部が、所望の太さとなるまで溶融すれば、融液中種結晶と融液の接触面積は徐々に増加していくため、種結晶内に急激な温度勾配を形成することなく種結晶を溶融することができ、溶融時にもスリップ転位が種結晶内に導入されない。

【0036】このような種結晶のより具体的な形状として、先の提案では、次の事項までが判明していた。

(1) 尖った形状または尖った先端を切り取った形状の種結晶先端部の形状としては、円錐または角錐形状とするのが好ましい事。

(2) この場合、図3に示す種結晶の円錐部7、角錐部8の長さ $t$ は任意であるが、種結晶の太さの1~10倍程度、より好ましくは2~8倍とすれば良い事。

(3) 先端部の角錐形状も、三角錐、四角錐、あるいはそれ以上の多角錐としてもよい事。また、種結晶の直胴部の断面形状と、先端部の断面形状を一致させる必要はなく、角柱形状の種結晶の先端部を円錐上に加工したるものとしても良く、任意に形状を組み合わせることができる事。

(4) 図3(A)、(B)のような、種結晶の先端形状が尖った形状だけでなく、図3(C)のように、尖った先端を切り取った形状でもよい事。そして、先端の切り取り方も任意であり、水平に切り取る場合に限らず、例えば図3(D)のように、斜めに切り取ってもよい。この場合、種結晶先端の最初にシリコン融液に接触させる面の面積は、 $9\pi (mm^2)$ 以下とするのが良く、さらに好ましくは $2.25\pi (mm^2)$ 以下とするのが良い事。

【0037】上記種結晶の具体的な形状により、ネッキングを行わない単結晶棒を製造する方法を実施することが出来る。したがって、基本的には本発明においても上記条件は、そのまま適用される条件である。しかし、このような条件だけでは、その成功率にはばらつきがあり、より確実に種結晶を無転位でシリコン融液に接触、溶融するためには、なお一層の種結晶形状の工夫、特定が必要である。

【0038】そこで、本発明者らは、種結晶の先端部の先鋒度とネッキングを行わずに単結晶棒を成長させる方

法の成功率について詳しく調査した。これは、種結晶の先端部の最大頂角と単結晶棒の無転位化率を調べたものである。

【0039】すると、種結晶先端部の最大頂角が、28度を越えると成功率が急激に下がることがわかった。その理由の詳細は不明であるが、最大頂角が28度を越えると、先端部の熱容量が充分には小さくないために、シリコン融液に接触した時に熱衝撃によってスリップ転位が発生してしまうのか、その後の溶融時に、接触面積の10增加率が大きいために急激な温度勾配が形成され、例え溶融速度を落としてもスリップ転位が発生することがあるものと思われる。したがって、本発明にかかる種結晶においては、先端部の最大頂角を28度以下とするのが、成功率を上昇させるために望ましい。

【0040】この場合、本発明で言う最大頂角とは、図1に示すように、シリコン融液に溶融させる先端部の頂角であって、その断面形状から取り得る最大の頂角 $\alpha$ を言う。したがって、図1(A)のような先端部が円錐のような形状の場合は、頂角=最大頂角=一定であるが、図1(B)のような先端部が角錐のような形状の場合は、対角断面側の頂角を指す。

【0041】また、本発明にあっても、先端部の形状は、図1(A)、(B)のような、種結晶の先端形状が尖った形状だけでなく、図1(C)のように、尖った先端を切り取った形状でもよい。そして、先端の切り取り方も任意であり、水平に切り取る場合に限らず、例えば図1(D)のように、斜めに切り取ってもよい。この場合、本発明における前記最大頂角の意味は、このような切り取りの有無にかかわらず、切り取る前の最大頂角30 $\alpha$ で示される。

【0042】一方、この最大頂角 $\alpha$ は、種結晶にスリップ転位を導入しないとの点からは、小さければ小さいほど良いことになるが、実用上の観点からは3度以上とするのが好ましい。

【0043】これは、種結晶の最大頂角を3度まで先鋒化すれば、スリップ転位導入防止効果は充分であり、余りに先端を先鋒化するのは、脆くて固いシリコン単結晶の加工上困難であるし、破損等の取扱上の問題が生じてしまうからである。しかも、先端部を先鋒化すればするほど、溶融すべき先端部の長さ $t$ が長くなるため、先端部の溶融時間が長くなり、単結晶棒の製造上も無駄が多いものとなってしまうからである。

【0044】次に、このような形状を有する本発明の種結晶の製造方法については、種結晶の素材となるシリコン単結晶インゴットを機械的に加工して、所望形状すなわち、シリコン融液に接触させる先端部の形状が、尖った形状または尖った先端を切り取った形状であり、その最大頂角が28度以下とすれば良い。

【0045】しかしこのように、種結晶の製造をシリコン単結晶インゴットを所望形状に機械的に加工して作製

した場合には、その表面に加工歪みが生じてしまう。このような加工歪みは完全に除去しなければ、例え種結晶の先端部の形状が上記所望の形状となっていたとしても、種結晶をシリコン融液に接触、溶融時に、この加工歪みからスリップ転位が生じてしまい、無転位化率を低下させてしまう。

【0046】この点、従来のネッキングを行うチョクラルスキー法では、もともと校り部にスリップ転位が発生する方法であるために、この加工歪みによるスリップ転位の発生は、それほど重要ではなかったが、本発明では種結晶のスリップ転位の発生は完全に抑える必要があるため、この加工歪みの除去は重要である。

【0047】そして、表面加工歪みを除去するには、所望形状に機械的に加工した後、少なくともシリコン融液に接触させる先端部をエッティングすれば良い。エッティングによれば簡単かつ確実に表面の加工歪みを除去することが出来る。

【0048】この場合、表面歪みは、機械的加工によってのみ発生するものではないが、エッティングによれば、表面全体をエッティング除去するものであるので、上記加工歪み以外の歪みが存在しても、合わせて除去することが出来る。

【0049】そして、エッティングは種結晶全体をエッティング液に浸せば良いが、少なくともシリコン融液に接触、溶融することになる先端部はエッティングする必要がある。エッティング液としては、シリコンをエッティングすることが出来る物であれば特に限定されないが、例えはフッ酸+硝酸等の混酸を用いることが出来る。

【0050】この場合、エッティング除去量としては、300ミクロン以上とするのが好ましい。機械的加工による加工歪みは、深いもので一般に表面約200~300ミクロン深さまで達しているからである。したがって、300ミクロン以上エッティングすれば、表面歪みを確実に除去することができ、これが原因で種結晶にスリップ転位が導入されることはない。

【0051】こうして製造される種結晶は、所望先鋒度をもった先端部形状のものであるとともに、その表面に歪みのないものとなるので、種結晶先端部を接触あるいは溶融する時に、スリップ転位が導入される可能性が一層低くなり、より確実に無転位で種結晶を接触、溶融することができる。

【0052】また、本発明にかかる種結晶の他の製造方法としては、所望先端部形状を機械的加工によって形成するのではなく、通常のチョクラルスキー法によって育成させた丸め部を利用しても良い。これは、種結晶の素材となるシリコン単結晶インゴットをチョクラルスキー法によって形成した丸め部を有するものを選択し、該丸め部を種結晶の尖った先端部として用いるというものである。

【0053】例えば、図2に示すように通常のチョクラ

ルスキー法によって種結晶1を融液に接触させた後、ネッキングを行い絞り部3を形成して無転位化し、その後直径を大きくして、所望の直径（種結晶径）でしばらく成長し、その後丸め部6を形成して単結晶の成長を終了する。出来た小さな結晶の丸め部を、種結晶の先端部として利用し、丸め部の反対側には、種結晶を種ホルダーにセットするための切り欠き部の加工を施せば、本発明の所望先端部形状を持った種結晶を製造することが出来る。

【0054】このように、チョクラルスキー法で作製した丸め部6を、種結晶の尖った先端部として利用するようすれば、機械加工によって先端部を形成しなくてもよいので、簡単であるとともに、素材の節約になるし、出来た種結晶には表面に歪みが存在することもないで、上記のようにエッティングをする必要もないという利点がある。

【0055】この場合、チョクラルスキー法による丸め部の形成は、上記のように何も、種結晶を作るだけのために行う必要はなく、図2（B）の点線で示すように、

【0056】通常製造が行われている半導体ウェーハ用のシリコン単結晶棒の丸め部を用いて作製しても良いことは言うまでもない。通常の単結晶シリコン棒の丸め部は、所望直径に満たないため廃棄されており、その意味でも材料の節約にもなり、極めて低コストで製造が可能である。

【0057】そして、上記特性を有する本発明の種結晶または本発明方法で製造した種結晶を使用し、まず種結晶の先端をシリコン融液にしづかに接触させた後、該種結晶を低速度で下降させることによって種結晶の先端部が所望の太さとなるまで溶融し、その後、該種結晶をゆっくりと上昇させ、ネッキングを行うことなく、所望径のシリコン単結晶棒を育成させるようにすれば、種結晶接触時、溶融時に確実にスリップ転位が導入されないので、ネッキングを行うことなくシリコン単結晶を育成できる成功率が格段に向上する。

【0058】【実施例】次に、本発明の実施例および比較例を示すが、本発明はこれらに限定されるものではない。

（実施例、比較例）種結晶の先端部の最大頂角を変化させ、ネッキングを行うことなく単結晶を育成させた時の無転位化の成功率を調査した。種結晶としては、方位<100>で2.0mm角のものを用い、その先端部は種々の頂角を有する円錐状に機械的に加工した後、種結晶全体をフッ酸+硝酸のエッティング液中でエッティングしたものを用いた。

【0059】これらの種結晶を用い、まず種結晶をシリコン融液直上で20分間保持し、充分に予熱を加えた。その後、2mm/minの速度で下降させることによって、種結晶の先端をシリコン融液にしづかに接触させた後、融液中に引き続き同じ速度で下降させ、種結晶の先端部の直径が約6mmとなるまで溶融した。ここから、

種結晶をゆっくりと上昇させ始め、ネッキングを行うことなく、直ちに直径約100mmまで結晶を太らせた後、直胴部を約10cm成長させた。そして最後に丸め部を形成して、シリコン単結晶棒の育成を終了させた。【0059】育成させた単結晶棒の数に対する、出来た単結晶棒が無転位の単結晶であるか否かの本数比率で、その成功率を算出した。結果を図5に示す。

【0060】上記結果から明らかなように、種結晶の最大頂角が28度以下では成功率が高いが、28度を越えると急激に成功率が下がることがわかる。

【0061】尚、本発明は、上記実施形態に限定されるものではない。上記実施形態は、例示であり、本発明の特許請求の範囲に記載された技術的思想と実質的に同一な構成を有し、同様な作用効果を奏するものは、いかなるものであっても本発明の技術的範囲に包含される。

【0062】例えば、本発明は、通常のチョクラルスキーフ法のみならず、シリコン単結晶の引上げ時に磁場を印加するMCZ法(Magnetic field applied Czochralski crystal growth method)にも同様に適用できることは言うまでもなく、本明細書中で使用したチョクラルスキーフ法という用語には、通常のチョクラルスキーフ法だけでなく、MCZ法も含まれる。

【0063】

【発明の効果】本発明の種結晶および種結晶の製造方法によれば、チョクラルスキーフ法によって、ネッキングを行うことなく、シリコン単結晶棒を育成させる方法の成功率を格段に向上させることが出来る種結晶を得ることが出来る。その結果、大直径かつ長尺な高重量のシリコ\*

\*ン単結晶を、極めて簡単に引上げることができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明にかかる種結晶の斜視図である。

- (A) 円柱形状の先端部を円錐形状としたもの、
- (B) 四角柱形状の先端部を四角錐形状としたもの、
- (C) 先端を水平に切り取ったもの、(D) 先端を斜めに切り取ったもの。

【図2】丸め部を利用して種結晶を作製する場合の説明図である。

10 (A) 通常のチョクラルスキーフ法で丸め部を有するインゴットを作製する場合、(B) 半導体ウェーハ用の単結晶インゴットの丸め部を利用する場合。

【図3】先に提案した発明にかかる種結晶の斜視図である。

- (A) 円柱形状の先端部を円錐形状としたもの、
- (B) 四角柱形状の先端部を四角錐形状としたもの、
- (C) 先端を水平に切り取ったもの、(D) 先端を斜めに切り取ったもの。

【図4】従来の種結晶の斜視図である。

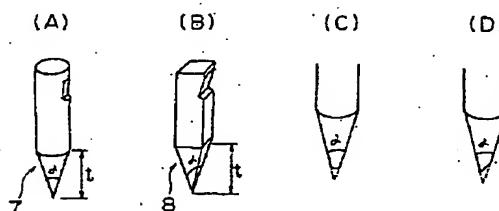
20 (A) 円柱形状のもの、(B) 四角柱形状のもの。

【図5】実施例、比較例の結果を示した結果図である。

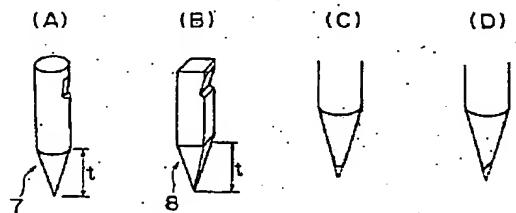
【符号の説明】

- 1…種結晶、2…スリップ  
転位、3…絞り部、5…直胴部、  
6…丸め部、7…円錐部、  
8…角錐部。t…先端部長さ、  
 $\alpha$ …最大頂角。

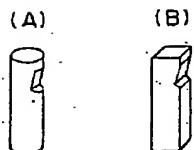
【図1】



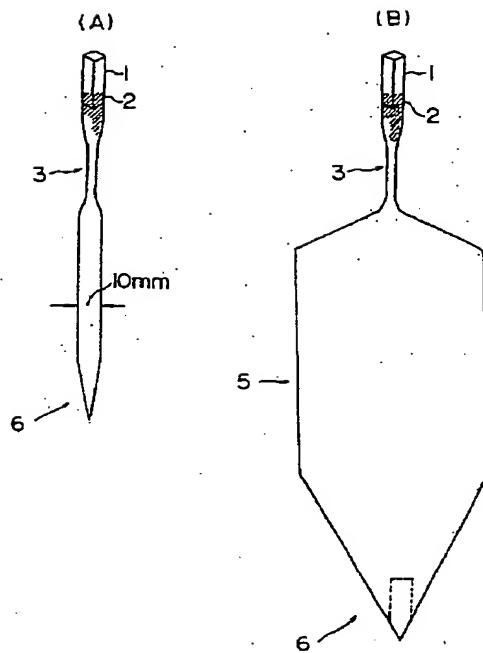
【図3】



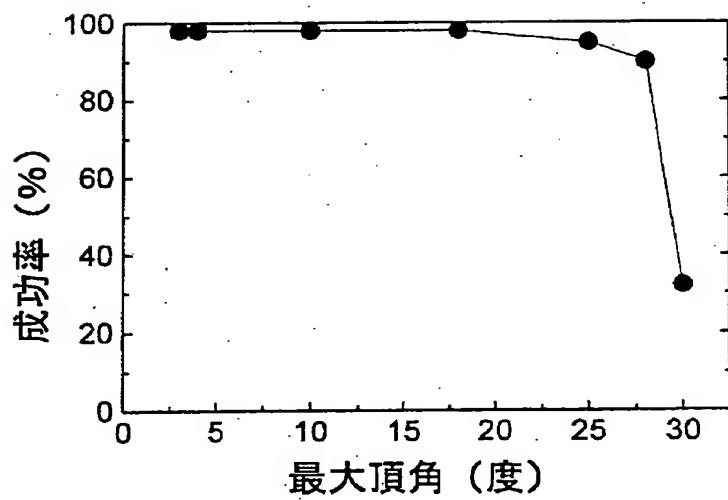
【図4】



【図2】



【図5】



Best Available Copy